

石油和合成液抗乳化性能测定法

Petroleum oils and synthetic fluids—
Determination of demulsibility characteristics

本方法适用于测定石油和合成液与水分离的能力。它适用于测定40℃时运动粘度为30~100毫米²/秒的油品，试验温度为54±1℃。也可用于粘度大于100毫米²/秒的油品，但试验温度为82±1℃。其他试验温度也可采用，例如25℃。

当所试的合成液比重大于水时，试验步骤不变，但这时水可能浮在乳化层或合成液上面。

1 方法概述

取试样和蒸馏水各40毫升装入量筒内，在测定温度下，以1500转/分的转速搅拌5分钟，记录乳化液与水分离时间，如果静置1小时后，还不能完全分开，则报告油或合成液、水和留下乳化液体积的毫升数。

2 仪器与材料

2.1 仪器

2.1.1 量筒：由耐热玻璃制成，刻度在5~100毫升范围内分度为1毫升，量筒内径为27~30毫米，高度为225~260毫米，量筒任何点的刻度误差不应大于1毫升。

2.1.2 水浴：具有足够的大小和深度，使插入两个量筒后，水可浸到85毫升刻度处。水浴内装有一个垂直并且稳定的支承架。水浴温度自控精度为±1℃。

2.1.3 搅拌器：由不锈钢制成的叶片和连杆组成，叶片长120±1.5毫米，宽19±0.5毫米，厚1.5毫米。连杆直径约为6毫米，与叶片相连。

2.1.4 马达：转速为1500±15转/分。

2.1.5 秒表。

2.2 材料

2.2.1 蒸馏水：pH值为6.2~7.5。

2.2.2 工业汽油。

2.2.3 脱脂棉、竹镊子、石蕊试纸、包有耐油橡胶的玻璃棒。

3 试剂

3.1 铬酸洗液。

3.2 石油醚：分析纯。

3.3 无水乙醇：分析纯。

4 准备工作

4.1 将水浴加热至54±1℃（比较粘稠的油可加热至82±1℃）试验温度，并保持恒定。

4.2 用工业汽油、石油醚、乙醇依次清洗搅拌叶片。

4.3 用铬酸洗液、自来水、蒸馏水清洗量筒至水呈中性，量筒内壁不挂水珠为止。

5 试验步骤

5.1 在室温下向干净量筒内慢慢倒入40毫升蒸馏水，然后倒入试样40毫升至80毫升刻度处。将量筒放入 54 ± 1 °C恒温浴中，再将搅拌叶片放入量筒内，用金属夹具固定，静置约10分钟，使量筒内的油水温度与浴温一致。如果试验温度选用 82 ± 1 °C时，油和水的体积按初始体积记。

5.2 把搅拌叶片垂直地安装在量筒中心处，距量筒底为6毫米，在 1500 ± 15 转/分的转速下搅拌5分钟，搅拌时下端中心摆动距离应小于1毫米。搅拌后提起搅拌叶片，用包有耐油橡胶的玻璃棒把搅拌叶片上的油刮落到量筒内。每隔5分钟，从侧面观察和记录量筒内分离的油、水和乳化层体积的毫升数。

6 报告

6.1 报告方法

6.1.1 如果搅拌后静置时间在1小时以内，乳化层等于或少于3毫升，则记下此时各层的毫升数，报出试验结果。如果搅拌后，静置时间超过1小时后，乳化层仍大于3毫升，则记录此时油、水和乳化层的毫升数，报出试验结果。

6.1.2 按下述示例报告油、水、乳化层和时间。

例1: 15分钟后残留3毫升以上的乳化层，20分钟完全分离，应记为(40—40—0) 20分钟。

例2: 20分钟后未完全分离，乳化层已降为3毫升时应记为(40—37—3) 20分钟。

例3: 经过1小时后，乳化层在3毫升以上(如5毫升)。此时油层为39毫升，水层为36毫升，乳化层为5毫升时应记为(39—36—5) 60分钟。

6.2 各层外观用下述术语记录

6.2.1 油或合成油层

- a. 透明。
- b. 雾状(半透明)。
- c. 浑浊或乳白状(不透明)。

注: ① 当水层在37毫升以上时，未出现明显的乳化层，则余下的体积记为油层。

② 雾状定义为半透明。浑浊定义为不透明。

6.2.2 水层

- a. 透明。
- b. 带水泡(花边状或有水泡或两者均有)。
- c. 雾状。
- d. 浑浊或乳白状。
- e. 油包水型的透明水泡记为水层。

6.2.3 乳化层

- a. 带泡(模糊的花边)。
- b. 浑浊或乳白状。
- c. 奶油状。

注: 浑浊或奶油状区别在于浑浊试样呈均匀状或许不稳定，奶油状很稠或许稳定。

6.2.4 油/乳化层和水/乳化层界面

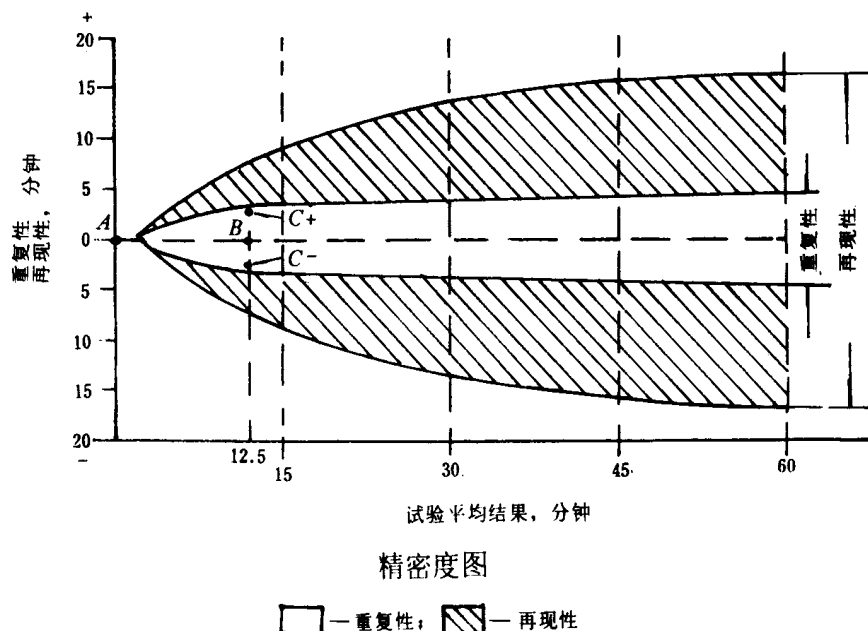
- a. 界面清楚。
- b. 不清，有泡。
- c. 有花边。

7 精密度

按下述规定判断试验结果的可靠性（95%置信水平）。

7.1 重复性

同一操作者两次测定结果的允许差值见精密度图。



7.2 再现性

不同操作者，在两个不同实验室测定结果的允许差值见精密度图。

7.3 图表的使用说明

精密度图是根据用38℃粘度为32~97毫米²/秒的汽轮机油统计试验所得的测定结果绘制的。它表示油乳化试验的平均结果，最大可允许的重复性和再现性的范围。在使用图时，先计算测定结果平均时间（分） B 。算出正负偏差并和图中偏差 $C+$ 和 $C-$ 进行比较，如果偏差点落在其范围内，则结果符合测定精密度。

例4：某石油产品测定值为（40—40—0）10分钟和（40—40—0）15分钟，测定结果的平均值 B 为12.5分钟，平均值的偏差+2.5($C+$)和-2.5($C-$)，这些点均落在要求的范围内，因此认为结果符合测定精密度。

注：若试验的平均分离时间结果小于2分钟，则按真实数据填报。

附加说明：

本标准由中国石油化工总公司提出，由石油化工科学研究院技术归口。

本标准由兰州炼油厂负责起草。

本标准主要起草人肖德锦、郭亚琳。

本标准是等效采用美国试验与材料协会标准ASTM D1401—67(77)《石油和合成液乳化性能测定法》制订的。

自本标准实施之日起，原石油工业部部标准SY 2683—80《汽轮机油破乳化时间测定法》作废。

GB 7305—87《石油和合成液抗乳化性能测定法》第1号修改单

本修改单业经国家技术监督局于1989年10月4日以技监国标发〔1989〕358号文批准,自1990年3月1日起实施。

一、前言修改为:

“它适用于测定40℃时运动粘度为28.8~90毫米²/秒的油品,试验温度为54±1℃。也可用于测定40℃时运动粘度大于90毫米²/秒的油品,但试验温度为82±1℃。”

二、将5.1条中的“如果试验温度选用82±1℃时,油和水的体积按初始体积记。”删除。在5.1条后补充“注”。

注:如果初始体积是在室温下测量的,则在提高试验温度时应考虑体积膨胀,例如在82℃时总体积膨胀约为2~3mL。因此,在82℃时,修正到油(或液体)、水和乳化层的总体积的读数不应超过80mL。另一个避免修正的方法是在试验温度下读取初始体积。

三、7.3条中的“精度图是根据用38℃粘度为32~97毫米²/秒的汽轮机油统计试验所得的测定结果绘制的。”修改为:

“精密图是根据用40℃时运动粘度为28.8~90毫米²/秒的汽轮机油统计试验所得的测定结果绘制的。”
